



## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **62191420 A**(43) Date of publication of application: **21.08.87**

(51) Int. Cl.

**C01F 7/02**  
**C04B 35/10**  
**// C08K 7/18**  
**C08K 7/18**  
**C09C 3/00**

(21) Application number: **61630823**(22) Date of filing: **17.02.86**(71) Applicant: **SHOWA ALUM IND KK**

(72) Inventor: **ODA YUKIO**  
**OGAWA JUN**

**(54) SPHERICAL CORUNDUM PARTICLE AND PRODUCTION THEREOF****(57) Abstract:**

**PURPOSE:** To provide spherical corundum particles having maximum single particle diameter and average particle diameter of smaller than specific respective levels, free from cutting edge and useful as a filler or aggregate having low grinding and abrading power of particles.

**CONSTITUTION:** Spherical corundum particles having maximum single particle diameter of  $\leq 150\mu$  and an average particle diameter of  $5W/35\mu$  and free from cutting edge. The particle has excellent intrinsic

characteristics of corundum such as thermal conductivity, electrical insulation, hardness, etc., and is useful as a filler or aggregate having low grinding and abrading power of particle. It is suitable especially as a filler for resin encapsulation material of electronic parts. The particle can be produced by adding one or more compounds selected from halogen compound (e.g.  $AlF_3$ ,  $CaF_2$ , etc.), boron compound (e.g.  $B_2O_3$ ) and hydrated alumina to crushed electrofused alumina and/or sintered alumina having the above size, heating the mixture at  $1,000W/1,550^\circ C$  and crushing the product.

COPYRIGHT: (C)1987,JPO&amp;Japio

Int. Cl. <sup>1</sup>	識別記号	庁内整理番号	特許公告
C 01 F 7/02		G 9040-4G	平成4年(1992)5月28日
C 04 B 35/10		G 8824-4G	
C 04 B 35/06		G 7821-4G	
C 06 K 7/18	KCL	G 7187-4J	
C 08 C 3/00	PBP	G 6804-4J	

発明の数 1 (全7頁)

発明の名称 球状コランダム粒子の製造方法

特 願 昭61-30923

公 開 昭62-131420

出 願 昭61(1986)2月17日

昭62(1987)8月21日

発 明 者 小 田 幸 男

神奈川県藤沢市長後1230-4

発 明 者 小 川 純

神奈川県川崎市中原区北谷町95-1 昭和電工上平岡家

出 願 人 昭和電工株式会社

東京都港区芝大門1丁目13番9号

代 理 人 弁理士 寺 田 實

審 査 官 寺 本 光 生

参 考 文 献 特 願 昭59-97527 (J.P., A) 特 願 昭59-4630 (J.P., A)

1

2

特許請求の範囲

1 単一粒子が最大径150 $\mu$ m以下、平均粒子径5～35 $\mu$ mである電融アルミナ及び/又は焼結アルミナの粉砕品に、ハロゲン化合物、硼素化合物、及びアルミナ水和物のうちの1種又は2種以上を添加し、温度1000℃～1550℃において加熱処理し、次いで解砕することを特徴とする球状コランダム粒子の製造方法。

2 ハロゲン化合物が、AlF<sub>3</sub>、NaF、CaF<sub>2</sub>、MgF<sub>2</sub>、Na<sub>2</sub>AlF<sub>6</sub>のうちの1種もしくは2種以上であることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の球状コランダム粒子の製造方法。

3 硼素化合物がB<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>、mNa<sub>2</sub>・nB<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、硼素化合物のうちの1種もしくは2種以上であることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の球状コランダム粒子の製造方法。

4 アルミナ水和物がバイヤー法水酸化アルミニウム及び/又はアルミナゲルであることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の球状コランダム粒子の製造方法。

5 電融アルミナ、焼結アルミナ、アルミナ水和物の $\alpha$ 線放射量が0.01c/cm<sup>2</sup>・hr以下であることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の球状コランダム粒子の製造方法。

発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明はカッティングエッジを有しない球状コランダム粒子の製造方法に係り、電子部品の封止材料用充てん剤、仕上ラッピング材の原料、耐火物、ガラス、セラミックスおよびそれらを含む複合材における球状骨材等に有用な低研磨性、かつフロー特性に優れた球状コランダム粒子の製造方法に関する。

(従来技術)

近年、電子部品が小型化高容量化するのにもなつて放熱性の優れたゴム・プラスチック系の絶縁材料の要求が増加し、充てん剤として熱伝導の大きなアルミナが注目され、溶融シリカや結晶性シリカに代つて使用されはじめている。特にICなど半導体の封止材料用途では、平均粒子径が5 $\mu$ m以上好ましくは10 $\mu$ m以上、かつ1ミクロンの微粒から44ミクロン以上の粗粒まで幅広い粒度分布の粗粒が要求される。かつコランダム( $\alpha$ アルミナ)はモース硬度が大きいため、機械装置の磨耗が激しいことが知られている。そのため粒子の形状としてカッティングエッジのない丸味のある球状のものが望まれる。又、キャスティング耐火物用途では従来から使用されている不規則形状の骨材粒子と微粒子を球形ないしは球状化すること

により、キヤスタブル材料の低水分流動性の改善、焼成収縮率の低下、耐熱クラック性の改良が図られており、その材料のひとつとして平均粒子径が $5\mu\text{m}$ 以下好ましくは $10\mu\text{m}$ 以上の球状のコランダム粒子が要求されている。

新様なコランダム粒子として電融アルミナや焼結アルミナの粉砕品が知られているがいずれも鋭いカッティングエッジをもつ不規則形状の粒子であり、それ故に研削、研磨材として有用である。又、球状アルミナ粒子を製造する方法として、ハイヤー法のアルミナを高温プラズマや酸水素炎中に噴射し、溶融させ急冷することにより球形化するいわゆる溶射法が知られている。しかし、この方法は、熱源単位が大きき、経済的でないばかりか、得られるアルミナは $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (コランダム)が主成分ながら、 $\delta\text{-Al}_2\text{O}_3$ などを副成分として含有するのが通例である。これらの副成分の混在は、アルミナの熱伝導率を小さくする原因になり好ましくない。

かかる従来の問題点を解決するため、粒径が $5\mu\text{m}$ 以上の規則形状の $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (コランダム)粒子を作るために、2、3の新しい方法が提案されている。例えば特公昭60-33763号によれば、高ナトリウム含有の水酸化アルミニウムを予備脱水後、特定の酸化剤を添加し、ロータリー・キルンで焼成し粗大粒のアルミナを得る方法が開示されている。又、特開昭58-181725号には、乾式吸収アルミナに弗素および/又は、酸素を含む酸化剤を加え、ロータリー・キルンの焼成により、同様のアルミナ粗粒が得られることが示されている。しかるに、これらの方法で作られる粗粒アルミナの形状は前記特開昭58-181725号明細書の図面(顕微鏡写真)に例示される如く、規則的なカッティングエッジを有するもので丸味のある球状のものではない。

(発明が解決しようとする問題点)

アルミナはモース硬度が大きく、プラスチックやゴムその他の材料に混合充てんするさいに、あるいはアルミナ粒子を充てんした複合材料を成形・加工するさいに、混練・成形加工装置を著しく損傷することが知られている。特にIC、LSI、VLSI等の電子部品の樹脂封止材料の充てん剤として、既存のアルミナ(特に研削材や耐火物に使われている電融アルミナや焼結アルミナの粉砕

品)を利用しようとするとき、その鋭いカッティングエッジのため研削、磨耗が激しくかつ、ボンディング・ワイヤーや半導体素子を損傷することが大きな欠点となっている。かかる欠点はIC、LSI、VLSI等の樹脂封止材に限らず、広く電子部品の電気絶縁用樹脂や、構造材料用のエンジニアリングプラスチックにアルミナを充てんし、熱伝導率や耐摩耗性などを改良する用途目的にとつて大きな障害となっている。

(問題点を解決するための手段)

本発明者らは上記した現状にかんがみ熱伝導率や電気絶縁性、硬度などコランダム粒子固有の特性を損うことなく、粒子の研削、研磨力の少く充てん剤用あるいは骨材用コランダムの開発を目的として種々研究した結果本発明に到達したものである。

すなわち、本発明の要旨は、

特定粒子径の電融アルミナ及び/又は焼結アルミナの粉砕品にハロゲン化合物、酸素化合物、及びアルミナ水和物のうちの1種または2種以上を添加し、温度 $1000^\circ\text{C}$ ～ $1550^\circ\text{C}$ において加熱処理し、次いで解砕することを特徴とする球状コランダム粒子の製造方法である。

本発明者らは、従来から研削材や耐火物の骨材に使用されている電融アルミナあるいは焼結アルミナの粉砕品で、平均粒子径が $5\mu\text{m}$ ～ $35\mu\text{m}$ 好ましくは $10\sim 25\mu\text{m}$ の範囲にある粒度のもの(例えば、昭和電工製品RW220F、SRW325Fなど)が、現在、電子部品の封止材料の充てん剤として用いられている溶融シリカあるいは結晶性シリカ( $\alpha\text{-SiO}_2$ )の粉砕品の粒度分布とはほぼ同じような分布を有することに注目した。これらのアルミナは、溶融または $1500^\circ\text{C}$ ～ $1850^\circ\text{C}$ の高温度で熱処理されているためアルミナの結晶が十分に発達しその粉砕物は充てん剤として望ましい粒度分布を有するものの前述した如く粉砕工程において鋭いカッティングエッジが生成されるため充てん剤として実用されていない。そこで本発明者らはこれらの粗粒の粒度分布を維持しつつ、粒子形状の改良について鋭意研究した結果、ハロゲン化合物、酸素化合物等、アルミナの酸化剤あるいは結晶成長剤として従来から知られている公知の薬剤を電融アルミナあるいは焼結アルミナの粉砕品に少量添加し $1000^\circ\text{C}$ ～ $1550^\circ\text{C}$ の温度で加熱処理する方法

5

より、これらアルミナ粗粒子の鋭い角すなわちカッティングエッジが減少し、同時に形状が球状化することを見出し本発明を完成するに至つたものである。

本発明において出発原料として用いられるアルミナ粗粒は、公知の方法で製造される電融アルミナあるいは焼結アルミナのいずれでも良く、電融あるいは焼結アルミナの粉砕品の粒度分布は沈降法による平均粒子径が $5\mu\text{m}$ ないし $35\mu\text{m}$ 、好ましくは $10\mu\text{m}$ ないし $25\mu\text{m}$ の範囲のもので最大粒子径 $150\mu\text{m}$ を超えず、好ましくは $74\mu\text{m}$ 以下である。平均径が $5\mu\text{m}$ 以下の場合は、水酸化アルミニウムに結晶成長剤を添加する公知の方法で丸味のある粒子形状のものが得られるため本発明を適用する必要が無い。又、原料の平均径が、 $35\mu\text{m}$ 以上、あるいは $150\mu\text{m}$ より大きな粒子が増える

と、粗粒のカッティングエッジの減少が不十分になるため好ましくない。又、粗粒の球状化を促進するために予めアルミナ水合物特に水酸化アルミニウムやアルミナ・ゲルあるいは熱反応性の良い微粒アルミナを電融アルミナあるいは焼結アルミナに混合して加熱処理することが有効であることが見出された。経済的な観点からはバイヤー法水酸化アルミニウム（ギブサイト結晶）が好ましくその平均粒子径 $10\mu\text{m}$ 以下のものが最適である。

本発明者等の観測によるとかかる球状化促進剤は、後述する薬剤と相乗的に粗粒アルミナに作用し、不規則的な鋭いカッティングエッジに選択的に吸収され球状化するといふ驚くべき現象が認められた。さらに劇的な効果として特に水酸化アルミニウムあるいはアルミナゲルのようなアルミナ水合物を添加することにより、熱処理物の集塊の凝集力が弱くなり、一次粒子への解砕が容易になるという特徴が認められた。かかる球状化促進剤の最適添加量は、電融アルミナあるいは焼結アルミナの粉砕品の粒度により異なるが水酸化アルミニウムを添加する場合、 $5\text{wt}\%$ 乃至 $100\text{wt}\%$ （アルミナ換算、電融アルミナあるいは焼結アルミナに対する割合）が好ましい。 $5\text{wt}\%$ 以下では集塊の凝集力が強くなり、又、 $100\text{wt}\%$ を超えると過剰の水酸化アルミニウムが遊離した微粒のアルミナとして製品中に混入するので好ましくない。

加熱処理時に添加する薬剤としては、アルミナの

6

結晶成長促進剤として公知の単独又は、併用されたハロゲン化合物、特に $\text{NaF}$ 、 $\text{CaF}_2$ 、 $\text{AlF}_3$ 、 $\text{MgF}_2$ 、 $\text{Na}_2\text{AlF}_6$ のごとき弗素化合物及び/又は $\text{B}_2\text{O}_3$ 、 $\text{H}_2\text{BO}_3$ 、 $\text{mNa}_2\text{O} \cdot \text{nB}_2\text{O}_3$ 、硼素化合物などの硼素化合物が良く、特に弗化物と硼素化合物の併用、もしくは硼素化合物が好ましい。薬剤の添加量は、加熱温度、炉内の滞留時間、加熱炉の種類により異なるが効果的な添加濃度は全アルミナ分に対して $0.1 \sim 4.0$ 重量%であることが認められた。加熱炉の種類としては、単座、トンネル、ロータリーキルンのような公知の手段でよく、加熱温度は水酸化アルミニウムなどアルミナ水合物を共存させる場合はそれが $\alpha$ -アルミナに実質的に転化する温度、すなわち約 $1150^\circ\text{C}$ 以上でなければならず、共存しない場合は $1000^\circ\text{C}$ 以上の温度で本発明の目的は達成される。いずれの場合でも、特に好ましい加熱処理温度範囲は $1350^\circ\text{C}$ 以上、 $1550^\circ\text{C}$ 以下である。 $1550^\circ\text{C}$ 以上の温度になると、水酸化アルミニウムの共存下でも集塊の凝集力が強くなり、一次粒子への解砕が容易に進まなくなる。加熱炉の滞留時間は加熱温度によつて異なるが粒形が球状化するためには、 $30$ 分以上、好ましくは $1$ 時間ないし $3$ 時間程度の滞留時間が必要である。かかる方法により、製造された球状アルミナ粒子は、二次集塊の形態をとるため、公知の粉砕手段、例えばボールミル、振動ミル、ジェット・ミルなどにより、短時間の解砕を経て所望の粒度分布の球状コランダム粒子が得られる。

又、上記の製法においてウラン、トリウム等の放射性元素の含有量の少ない電融アルミナ又は焼結アルミナと球状化促進剤である水酸化アルミニウム等を用いることにより低 $\alpha$ 線放射量の球状コランダム粒子を製造することができる。 $\alpha$ 線放射量の少ない（ $0.01\text{c}/\text{cm} \cdot \text{hr}$ ）球状アルミナは高集積度IC、LSI、VLSIの樹脂封止材ファイバーとして用いる場合、 $\alpha$ 線によるメモリ素子の誤動作（いわゆるソフト・エラー）を防止する目的のために特に有用である。上述のごとき本発明の要旨は次のごとくである。

以下、本発明について実施例をあげて説明する。

#### 実施例 1

市販の焼結アルミナ粉砕品（昭和電工製 SRW-325F、平均粒径 $12\mu\text{m}$ 、最大粒径 $48\mu\text{m}$ ）

3000 $\mu$ に対して試験量の無水酸化アルミニウムおよび酸化セリウムをそれぞれ20 $\mu$ づつ添加し、混合し、アルミナセラミック質耐熱容器に装入し、カンケル電気炉内に温度1450 $^{\circ}$ C、3時間加熱後、炉から取り出した焼成物について硬度を評価し、更にこの焼成物を振動ボールミル（川崎重工業製SMO：6、焼成物100 $\mu$ と10mm $\phi$ HDアルミナ・ボール1000 $\mu$ を装入）にて30分間、解砕し、この解砕物の全Na<sub>2</sub>O含有量を求め、また粒度分布をレーザー回折法（シーラス）により求めると共に走査電子顕微鏡写真を撮像（倍率2500）した。その結果を表1、実施例1の欄および第1図aに示す。

#### 実施例 2

市販の粉砕電融アルミナ（昭和電工製RW-92(325F)、平均粒径13 $\mu$ m、最大粒径48 $\mu$ m）を用い、添加物および配合量および方法は実施例1と同様にして焼成物およびその解砕物を得た。

\*この焼成物の硬度および解砕物の全Na<sub>2</sub>O含有量、粒度分布、 $\alpha$ -アルミナ粒子および形状について実施例1と同様の方法にて求めた結果を表1、実施例2の欄および第1図bに示した。

#### 5 比較例 1

実施例1と同一の焼成アルミナ粉砕品を、薬剤添加することなく単独にて実施例1と同一条件にて加熱処理して焼成物およびその解砕物を得た。これらの試料について実施例1と同様に評価した結果を表1、比較例1の欄および第2図aに示した。

#### 比較例 2

実施例2と同一の粉砕電融アルミナを、薬剤添加することなく単独にて実施例2と同一条件にて加熱処理して得た焼成物および解砕物の評価結果を表1、比較例2の欄および第2図bに示した。

表

1

		実施例 1	実施例 2	比較例 1	比較例 2
原料 結晶成長剤	SRW(325F)	SRW(325F)	RW-92(325F)	SRW(325F)	RW-92(325F)
	AlF <sub>3</sub>	2%	同左	なし	なし
加熱条件	H <sub>2</sub> BO <sub>3</sub>	2%	同左		
	1450 $^{\circ}$ C $\times$ 3時間				
焼成物の硬さ		やや硬い	同左	同左	同左
分析値 <sup>※1</sup>	全ナトリウム分(Na <sub>2</sub> O)%	0.01	0.01	0.15	0.07
	粒度分布 <sup>※2</sup>				
	+32ミクロン (%)	9	12	6	8
	-10ミクロン (%)	25	20	45	43
	平均粒径 (ミクロン)	16.0	18.5	12.0	13.0
	$\alpha$ -アルミナ粒子 <sup>※3</sup>				
大きさ		5~50ミクロン	同左	1~50ミクロン	同左
形状		球状	球状	不規則形状	不規則形状

※1 振動ボットミルにより30分解砕した試料についての分析値。

※2 レーザ回折法(シーラス)による。

※3 走査型電子顕微鏡による。

以上の結果から本発明の方法で製造されたコランダム粒子（実施例1および2）は平均粒径16.0 $\mu$ m、最大粒径50 $\mu$ mであり（表1）、また第1図a、bに示すごとく大きさが5 $\mu$ mないし50 $\mu$ mの丸味のある球状の $\alpha$ -アルミナ（コランダム）粒子として得られている。一方、比較例1お

よび2の試料は加熱処理前後において形状変化は認められず、鋭いカットイング・エッジを有する不規則形状の粒子であることが認められる。

以上実施例および比較例によつてみれば、本発明の方法で製造された粒子は従来品である、鋭いカットイング・エッジを有する不規則形状と全く

異り、粒形の揃った、カウティングエッジのない球状コランダム粒子であることは明らかである。

#### 実施例 3

実施例 1 と同様の焼結アルミナに対して平均径  $1\mu\text{m}$  の微粒水酸化アルミニウムを 10% (アルミナ換算で外割りの重量%) を添加、混合し実施例 1 と同じ種類と量の薬剤を添加し、同様の方法にて焼成、解砕した試料を得た。これについて実施例 1 と同様の評価を行なった結果、表 2、実施例 3 の欄に示す成績を得た。

#### 実施例 4

実施例 3 において水酸化アルミニウムの添加量を 17% とし、他は実施例 3 と同様の方法で得た試料の成績を表 2、実施例 4 の欄に示す。

#### 実施例 5

実施例 3 において水酸化アルミニウムの添加量を 30% とし、他は実施例 3 と同様の方法で得た試料の成績を表 2、実施例 5 の欄に示す。

#### 比較例 3

実施例 5 において、薬剤添加せず、他は実施例 5 と同様の方法で得た試料の成績を表 2、比較例 3 の欄に示す。

上記実施例 3 ~ 5 および比較例 3 の結果によれば、薬剤を添加しない比較例 3 の試料は微粒水酸

化アルミニウムから生成した微細なアルミナ粒子と、粗大な焼結アルミナ粒子の 2 成分が混り合った状態になり、後者の粒子の形状変化は認められなかった。一方、薬剤を混合した実施例 3 ~ 5 の試料はいずれも水酸化アルミニウムが焼結アルミナに吸収され、粗大な丸味のある球状のコランダム粒子であった。

#### 実施例 6

焼結アルミナ SRW325F を焚口の温度を約  $1350^{\circ}\text{C}$  に調節したロータリーキルンの底部より連続的に供給しながら一方の焚口より圧縮空気を用いて揮発性アンモニウムを 0.2 重量% の濃度 (アルミナに対する割合) で、炉内に噴霧した。焼結アルミナの供給量は、 $1000^{\circ}\text{C}$  以上の焼成帯での滞留時間が約 3 時間になるように調節した。焚口から得られた焼成物を、振動ボール・ミルで 15 分間、解砕し、実施例 1 ~ 5 と同様の評価を行なった。顕微鏡で観察した粒子は大きさが約  $3\mu\text{m}$  ないし  $40\mu\text{m}$  の粗大な球状粒子であった。

#### 実施例 7

市販の粗粒の耐火管材グレードの焼結アルミナ (昭和電工製 SRW48F) を振動ボールミルにて 1 時間粉砕し、150 メッシュ (タイラー篩、目開き  $104\mu\text{m}$ ) の篩を通過させ、粗粒残

表

2

		実施例 3	実施例 4	実施例 5	比較例 3
原料	SRW 325F (wt%)	100	100	100	100
	水酸化アルミ (H)	10	17	30	30
	結晶成長剤	$\text{AlF}_3$ 2%	$\text{AlF}_3$ 2%	$\text{AlF}_3$ 2%	なし
		$\text{H}_2\text{BO}_3$ 2%	$\text{H}_2\text{BO}_3$ 2%	$\text{H}_2\text{BO}_3$ 2%	
加熱条件		$1450^{\circ}\text{C} \times 3$ 時間			
焼成物の硬さ		柔らかい	柔らかい	非常に柔らかい	非常に柔らかい
分析値	全ナトリウム分 (Na <sub>2</sub> O%)	0.01	0.01	0.01	0.25
	粒度分布				
	+32 ミクロン (%)	17	11	6	1
	-10 ミクロン (%)	22	28	30	63
	平均粒径 (ミクロン)	19.4	16.5	15.0	6.8
$\alpha$ -アルミナ粒子					
大きさ		5~50	4~50	3~50	

	実施例 3	実施例 4	実施例 5	比較例 3
形状	球状	球状	球状、1 部微粒	不規則形状と 微粒の混合

分を除去したものに平均粒径約5 $\mu$ mの水酸化アルミニウムを30重量%混合し、薬剤として無水弗化アルミニウムと硝酸とをそれぞれ2.0重量%づつ添加したものを実施例1と同様の方法にて焼成、解砕して得た試料についての評価成績を表3、実施例7の欄に示した。

#### 実施例 8

市販の電融アルミナ（昭和電工製RW-92（220F）、平均粒径28.5 $\mu$ m、最大粒径196 $\mu$ m）の150メッシュ篩下粒子に対して実施例7と同様の方法により得た試料についての評価成績を表3、実施例8の欄に示した。

なお比較のため水酸化アルミニウムを混合しない試料についても同様の試験を行なった。（表示せず）

実施例7および8の操作で水酸化アルミニウムを、混合しなかったものは、焼成物の粒子同士が半融状態で結合し、ミルによる解砕が、困難であったが、水酸化アルミニウムを共存させたものは容易に1次粒子まで解砕することができた。

表 3

	実施例 7	実施例 8
原料	SW 48F の粉砕品 <sup>1)</sup>	RW-92 (200F)
水酸化アルミニウム (5 $\mu$ m)	30%	30%
結晶成長剤	AlF <sub>3</sub> 2% H <sub>2</sub> BO <sub>3</sub> #	同左 #
加熱条件	1450℃ 3時間	
焼成物の硬さ	非常に柔らかい	同左
分析値	全ナトリウム分 (Na <sub>2</sub> O wt%) 0.02 粒度分布 +32 $\mu$ m (%) 26 -10 # (%) 12 平均粒径 ( $\mu$ m) 21.7	0.02 35 15 25.6

	実施例 7	実施例 8
$\alpha$ -アルミナ 粒子 大きさ 形状	5~80 $\mu$ m 球状	5~80 $\mu$ m 球状

本1 振動ボールミル1時間粉砕後、150 $\mu$ mの篩を通過させたもの（平均径11 $\mu$ m）

実施例7、8の試料についても、粒度分布の測定や電子顕微鏡による観察を行ない表3に示す通り、実施例7および8のいずれも粒子の大きさが5 $\mu$ mないし80 $\mu$ mの球状の粗大な $\alpha$ -アルミナ粒子から、構成されることが確認された。

#### 20 実施例 9

市販の低 $\alpha$ 線タイプのアルミナ（ $\alpha$ 線放射量0.01c/cd・hr以下）を、電融して得たインゴットを放射線元素のコンタミが混入しない条件で解砕・粉砕・分級して得た平均径20 $\mu$ m、最大粒子径74 $\mu$ mの電融アルミナ粗大粒子（ $\alpha$ 線放射量0.005c/cd・hr）に公知の方法で得た低 $\alpha$ 線タイプ（ $\alpha$ 線放射量0.005c/cd・hr）の水酸化アルミニウム（平均径5 $\mu$ m）を30wt%混合し、薬剤として硝酸及び無水弗化アルミニウムを各々0.5wt%添加しアルミナ・セラミックス質の耐熱容器に装入し、カンタル電気炉にて1500℃の温度で3時間、加熱した。焼成物を振動ボールミルで約30分間、粉砕したのについて粒度分布、電子顕微鏡により粒子の大きさ、形状を評価したところ、大きさが3ミクロンないし50 $\mu$ mの球状の粗大・アルミナ粒子に変化していることを確認した。又、この試料の $\alpha$ 線放射量は0.004c/cd・hrであつた。（発明の効果）

以上により明らかな通り、本発明の方法で製造されたアルミナ粒子は、いずれも市販の粒度分布を有し、個々の粒子が形状の形をしており、半導体封止樹脂の用途で機械装置の摩耗が少なく、かつ成形時の流れのよいファイラーとして有用である。さらに被研削面に切削傷を生じない仕上げラ

13

ツピング材の原料として、又、キヤスタブル耐火物やガラス、セラミックスなどの用途における優れた特性成分としてフロー特性、強度、耐熱クラック性を改良することが期待される。

#### 図面の簡単な説明

第1図は本発明の方法で製造された球状コランダム粒子の電子顕微鏡写真、第2図は従来品コラ

14

ンダム粒子の走査電子顕微鏡写真（倍率2500）を示す。

第1図a 実施例1のコランダム粒子、同b 実施例2のコランダム粒子、第2図a 比較例15のコランダム粒子、同b 比較例2のコランダム粒子。

第1図

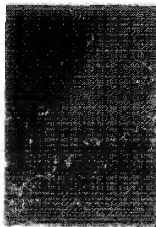


(a)



(b)

第2図



(a)



(b)